

REC'D	18 FEB 2000
WIPO	PCT

**PRIORITY  
DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)



#4

## Bescheinigung

EP 99 / 09693  
4

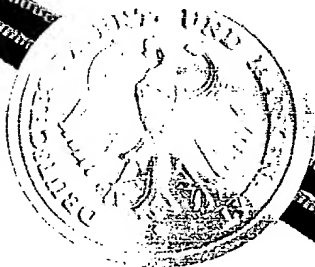
Die Bayer Aktiengesellschaft in Leverkusen/Deutschland hat eine Patentanmeldung  
unter der Bezeichnung

"Neue Polymergemische mit Entformungsmitteln"

am 21. Dezember 1998 beim Deutschen Patent- und Markenamt eingereicht.

Das angeheftete Stück ist eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlage dieser Patentanmeldung.

Die Anmeldung hat im Deutschen Patent- und Markenamt vorläufig die Symbole C 08 L und C 08 K der Internationalen Patentklassifikation erhalten.



München, den 25. Oktober 1999  
Deutsches Patent- und Markenamt

Der Präsident  
Im Auftrag

Nietiedt

Aktenzeichen: 198 59 050.4

Neue Polymergemische mit Entformungsmitteln

5

Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind thermoplastische Polymergemische enthaltend mindestens ein Entformungsmittel mit einer Polyolkomponente bestehend aus einem Grundkörper mit 4 oder mehr Kohlenstoffatomen, 3 oder mehr Hydroxylgruppen, mehr als einer mit aliphatischen  $C_1$ - $C_{32}$ -Carbonsäuren veresterten  
10 Hydroxylgruppe und einer oder mehr als einer freien Hydroxylgruppe, die Verwendung solcher Polyolkomponenten als Entformungsmittel für thermoplastische Polymergemische und Formkörper aus diesen thermoplastischen Polymergemischen.

Bei der Verarbeitung von thermoplastischen Polymergemischen ist die Herstellung von  
15 Formteilen mit zum Teil äußerst komplizierter Raumform eine Hauptanwendung. Bei der Verarbeitung werden in die Polymermischung selbst oder in die Maschine Entformungsmittel zugegeben, um die Entnahme der Formteile aus der Form zu gewährleisten oder noch weiter zu vereinfachen. Darüberhinaus soll die Oberflächenqualität verbessert werden.

20

Nachteil dieser Vorgehensweise ist die Beaufschlagung des Produktes mit Zusatzstoffen, die die Eigenschaften des Formkörpers bei Herstellung, Lagerung oder Gebrauch nachteilig beeinflussen können.

25 Im Stand der Technik haben sich Ester langkettiger Fettsäuren mit Hydroxykomponenten, besonders Glycerin, bewährt.

Die DE-OS-20 64 095 beschreibt den Zusatz von Fettsäureestern dreiwertiger Alkohole zu Polycarbonaten als Entformungsmittel

30

DE-OS-25 07 748 beschreibt die Verbesserung des Entformungsverhaltens von Polycarbonaten durch den Zusatz von vollständig mit Fettsäuren veresterten Polyalkoholen.

35 Die DE-OS 27 01 725 beschreibt den Zusatz von Teilestern spezieller Alkohole zu

Polycarbonaten zum Zwecke der Entformung.

JP-A-45-24 439 beschreibt den Zusatz von Teilestern zu Polycarbonaten in Mengen von 0,05 bis 5 % zum Zwecke der Entformung.

5

JP-A-72-45 934 beschreibt antistatisch ausgerüstete Polycarbonate mit 0,1 bis 5 Gew.-% Fettsäuremonoglyceriden.

JP-A-60-81 245 beschreibt den Zusatz von Teilestern zu chlorarmen Polycarbonaten,  
10 um die Korrosion der Werkzeuge zu verhindern.

JP-A-2-225 558 beschreibt Polycarbonatplatten, die Teilester von Polyolen und aliphatischen Monocarbonsäuren enthalten.

15 Die japanische Patentanmeldung 90-12 510 beschreibt Substrate für CD's, die aus Polycarbonat bestehen und 0,002 bis 5 % Fettsäuremonoglyceride enthalten.

Die japanische Patentanmeldung 90-294 979 beschreibt Polycarbonate für optische Scheiben, die 0,06 bis 0,09 % Glycerinmonostearat enthalten.

20

US 4,131,575 beschreibt den Zusatz von Volleestern mehrwertiger Alkohole oder Monoestern mehrwertiger Alkohole zu Polycarbonaten zur Verbesserung der Entformung.

25 US 4,743,641 beschreibt den Zusatz von Glycerinmonostearat, Diglyceridmonostearat, Glycerinmonopalmitat oder Sorbitanmonostearat zu Polycarbonaten.

EP-A-205 192 beschreibt Polycarbonatmischungen, die mit Estern des Glycerins und des Pentaerythrits versetzt werden. Bevorzugt ist dabei Glycerinmonostearat.

30

EP-A-213 413 beschreibt den Zusatz von Teilestern zu Polycarbonaten für optische Zwecke.

EP-A-417 775 beschreibt Formkörper für die Optik aus Polycarbonaten, die Fettsäuremonoglyceride enthalten.

- 5 EP-A-511 640 beschreibt ebenfalls den Zusatz von Teilestern zu Polycarbonaten für optische Zwecke.

EP-A-732 360 beschreibt Polycarbonatmischungen mit Gemischen aus Glycerinmonostearat und Glycerintristearat.

10

Dabei haben die Entformungsmittel des Standes der Technik, wie zum Beispiel das oft verwendete Glycerinmonostearat den Nachteil, daß sie zu Reaktionen mit dem Polycarbonat führen können. Dadurch wird die thermische und oxidative Beständigkeit des Materials verschlechtert, was sich z. B. im Vergilben äußern kann. Dies ist  
15 besonders für die optischen Anwendungen des Polycarbonats nicht gewünscht. Dies gilt besonders für Verarbeitungsprozesse, die eine hohe thermische Belastung für das Material darstellen oder für Anwendungen, die besondere optische Qualität erfordern. Auch die mechanischen Eigenschaften des Polymers können durch diese Reaktionen unerwünscht verändert werden. Außerdem kann es zu Belägen auf den Maschinenteilen  
20 kommen.

Bei voll veresterten Alkoholkomponenten ist das Entformungsverhalten ungenügend.

Es besteht daher der stetige Bedarf an neuen Entformungsmitteln für thermoplastische  
25 Polymere, wie z. B. Polycarbonat und/oder Polycarbonat-Blends.

Die Aufgabe bestand daher darin, ein Entformungsmittel für Polycarbonate zu entwickeln, das unter Herstellungs- und Verarbeitungsbedingungen besonders bei der Herstellung von Produkten für optische Anwendungen, wie Compact Discs und Digital  
30 Versatile Disks (DVDs), wenig oder gar nicht zur Reaktion neigt, eine gute Entformungswirkung hat, und so zu einer verbesserten Qualität und einer größeren Datensicherheit bei optischen Anwendungen führt. Durch die erfindungsgemäßen

Polymergemische wird dies erreicht.

Gegenstand der vorliegenden Anmeldung sind demnach thermoplastische Polymergemische enthaltend mindestens ein Polycarbonat und mindestens ein  
5 Entformungsmittel mit mindestens einer Polyolkomponente wobei mindestens eine Polyolkomponente (I) aus einem Grundkörper mit 4 oder mehr Kohlenstoffatomen, 3 oder mehr, bevorzugt 4 oder mehr Hydroxylgruppen, mehr als einer mit aliphatischen Carbonsäuren veresterten Hydroxylgruppe und einer oder bevorzugt mehr als einer freien Hydroxylgruppe besteht.

10

Thermoplastische, aromatische Polycarbonate im Sinne der vorliegenden Erfindung sind sowohl Homopolycarbonate als auch Copolycarbonate; die Polycarbonate können in bekannter Weise linear oder verzweigt sein.

15 Die Herstellung dieser Polycarbonate erfolgt in bekannter Weise aus Diphenolen, Kohlensäurederivaten, gegebenenfalls Kettenabbrechern und gegebenenfalls Verzweigern.

Einzelheiten der Herstellung von Polycarbonaten sind in vielen Patentschriften seit  
20 etwa 40 Jahren niedergelegt. Beispielhaft sei hier nur auf Schnell, "Chemistry and Physics of Polycarbonates", Polymer Reviews, Volume 9, Interscience Publishers, New York, London, Sydney 1964, auf D. Freitag, U. Grigo, P.R. Müller, H. Nouvertne', BAYER AG, "Polycarbonates" in Encyclopedia of Polymer Science and Engineering, Volume 11, Second Edition, 1988, Seiten 648-718 und schließlich auf Dres. U. Grigo,  
25 K. Kirchner und P.R. Müller "Polycarbonate" in Becker/Braun, Kunststoff-Handbuch, Band 3/1, Polycarbonate, Polyacetale, Polyester, Celluloseester, Carl Hanser Verlag München, Wien 1992, Seiten 117-299 verwiesen.

Für die Herstellung der Polycarbonate geeignete Diphenole sind beispielsweise Hydrochinon, Resorcin, Dihydroxydiphenyle, Bis-(hydroxyphenyl)-alkane, Bis(hydroxyphenyl)-cycloalkane, Bis-(hydroxyphenyl)-sulfide, Bis-(hydroxyphenyl)-ether, Bis-(hydroxyphenyl)-ketone, Bis-(hydroxyphenyl)-sulfone, Bis-(hydroxyphenyl)-sulfoxide,  
30

$\alpha,\alpha'$ -Bis-(hydroxyphenyl)-diisopropylbenzole, sowie deren kernalkylierte und kernhalogenierte Verbindungen.

Bevorzugte Diphenole sind 4,4'-Dihydroxydiphenyl, 2,2-Bis-(4-hydroxyphenyl)-propan, 2,4-Bis-(4-hydroxyphenyl)-2-methylbutan, 1,1-Bis-(4-hydroxyphenyl)-p-diisopropylbenzol, 2,2-Bis-(3-methyl-4-hydroxyphenyl)-propan, 2,2-Bis-(3-chlor-4-hydroxyphenyl)-propan, Bis-(3,5-dimethyl-4-hydroxyphenyl)-methan, 2,2-Bis-(3,5-dimethyl-4-hydroxyphenyl)-propan, Bis-(3,5-dimethyl-4-hydroxyphenyl)-sulfon, 2,4-Bis-(3,5-dimethyl-4-hydroxyphenyl)-2-methylbutan, 1,1-Bis-(3,5-dimethyl-4-hydroxyphenyl)-p-diisopropylbenzol, 2,2-Bis-(3,5-dichlor-4-hydroxyphenyl)-propan, 2,2-Bis-(3,5-dibrom-4-hydroxyphenyl)-propan, 1,1-Bis-(4-hydroxyphenyl)-3,3,5-trimethylcyclohexan und 4,4'-(m-Phenylendiisopropyliden)diphenol.

Besonders bevorzugte Diphenole sind 2,2-Bis-(4-hydroxyphenyl)-propan (BPA), 2,2-Bis-(3,5-dimethyl-4-hydroxyphenyl)-propan, 2,2-Bis-(3,5-dichlor-4-hydroxyphenyl)-propan, 2,2-Bis-(3,5-dibrom-4-hydroxyphenyl)-propan, 4,4'-(m-Phenylendiisopropyliden) bisphenol (CAS-No. 13595-25-0) (BPM), 1,1-Bis-(4-hydroxyphenyl)-cyclohexan und 1,1-Bis-(4-hydroxyphenyl)-3,3,5-trimethylcyclohexan (TMC).

Diese und weitere geeignete Diphenole sind z.B. in den US-PS 3 028 635, 2 999 835, 3 148 172, 2 991 273, 3 271 367, 4 982 014 und 2 999 846, in den deutschen Offenlegungsschriften 1 570 703, 2 063 050, 2 036 052, 2 211 956 und 3 832 396, der französischen Patentschrift 1 561 518, in der Monographie "H. Schnell, Chemistry and Physics of Polycarbonates, Interscience Publishers, New York 1964" sowie in den japanischen Offenlegungsschriften 62039/1986, 62040/1986 und 105550/1986 beschrieben.

Im Falle der Homopolycarbonate ist nur ein Diphenol eingesetzt, im Falle der Copolycarbonate sind mehrere Diphenole eingesetzt.

30

Bevorzugt werden Polymergemische verwendet, die mindestens ein Polycarbonat mit Diolbausteinen aus Bisphenol A und/oder Trimethylcyclohexyl-bisphenol (TMC)

enthalten, bevorzugt ausgewählt aus der Gruppe der Homopolymere des Bisphenols A, der Copolymere des Bisphenol A mit TMC oder der Copolymere mit 5 bis 50 Gew.-% TMC.

- 5 Geeignete Kohlensäurederivate sind beispielsweise Phosgen oder Diphenylcarbonat.

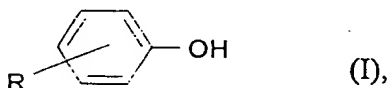
Geeignete Kettenabbrecher sind sowohl Monophenole als auch Monocarbonsäuren. Geeignete Monophenole sind Phenol selbst, Alkylphenole wie Kresole, p-tert.-Butylphenol, p-n-Octylphenol, p-iso-Octylphenol, p-n-Nonylphenol und p-iso-  
10 Nonylphenol, Halogenphenole wie p-Chlorphenol, 2,4-Dichlorphenol, p-Bromphenol Amylphenol und 2,4,6-Tribromphenol sowie deren Mischungen.

Bevorzugte Kettenabbrecher sind Phenol und/oder p-tert.-Butylphenol und/oder p-Cumylphenol.

15

Geeignete Monocarbonsäuren sind Benzoesäure, Alkylbenzoesäuren und Halogenbenzoesäuren.

Bevorzugte Kettenabbrecher sind die Phenole der Formel (I)



- 25 worin R Wasserstoff, tert.-Butyl oder ein verzweigter oder unverzweigter C<sub>8</sub>- und/oder C<sub>9</sub>-Alkylrest ist. Aber auch p-Cumylphenol kann bevorzugt verwendet werden.

Die Menge an einzusetzendem Kettenabbrecher, bevorzugt im Phasengrenzflächenverfahren, beträgt 0,1 Mol-% bis 5 Mol-%, bezogen auf Mole an jeweils eingesetzten  
30 Diphenolen. Die Zugabe der Kettenabbrecher kann vor, während oder nach der Phosgenierung erfolgen.

Geeignete Verzweiger sind die in der Polycarbonatchemie bekannten tri- oder mehr als trifunktionellen Verbindungen, insbesondere solche mit drei oder mehr als drei  
35 phenolischen OH-Gruppen.

Geeignete Verzweiger sind beispielsweise Phloroglucin, 4,6-Dimethyl-2,4,6-tri-(4-hydroxyphenyl)-hepten-2, 4,6-Dimethyl-2,4,6-tri-(4-hydroxyphenyl)-heptan, 1,3,5-Tri-(4-hydroxyphenyl)-benzol, 1,1,1-Tri-(4-hydroxyphenyl)-ethan, Tri-(4-hydroxyphenyl)-phenylmethan, 2,2-Bis-[4,4-bis-(4-hydroxyphenyl)-cyclohexyl]-propan, 2,4-Bis-(4-hydroxyphenyl-isopropyl)-phenol, 2,6-Bis-(2-hydroxy-5'-methyl-benzyl)-4-methyl-phenol, 2-(4-Hydroxyphenyl)-2-(2,4-dihydroxyphenyl)-propan, Hexa-(4-(4-hydroxyphenyl-isopropyl)-phenyl)-orthoterephthalsäureester, Tetra-(4-hydroxyphenyl)-methan, Tetra-(4-(4-hydroxyphenyl-isopropyl)-phenoxy)-methan und 1,4-Bis-(4',4''-dihydroxy-  
10 triphenyl)-methyl)-benzol sowie 2,4-Dihydroxybenzoesäure, Trimesinsäure, Cyanurchlorid und für einige Anwendungen sogar bevorzugt 3,3-Bis-(3-methyl-4-hydroxyphenyl)-2-oxo-2,3-dihydroindol.

Die Menge der gegebenenfalls einzusetzenden Verzweiger beträgt 0,05 Mol-% bis  
15 2 Mol-%, bezogen wiederum auf Mole an jeweils eingesetzten Diphenolen.

Die Verzweiger können im Phasengrenzflächenverfahren entweder mit den Diphenolen und den Kettenabbrechern in der wäßrig alkalischen Phase vorgelegt werden, oder in einem organischen Lösungsmittel gelöst zugegeben werden. Im Falle des  
20 Umesterungsverfahrens können die Verzweiger zusammen mit den Diphenolen eingesetzt werden.

Alle diese Maßnahmen zur Herstellung der thermoplastischen Polycarbonäte sind dem Fachmann geläufig.

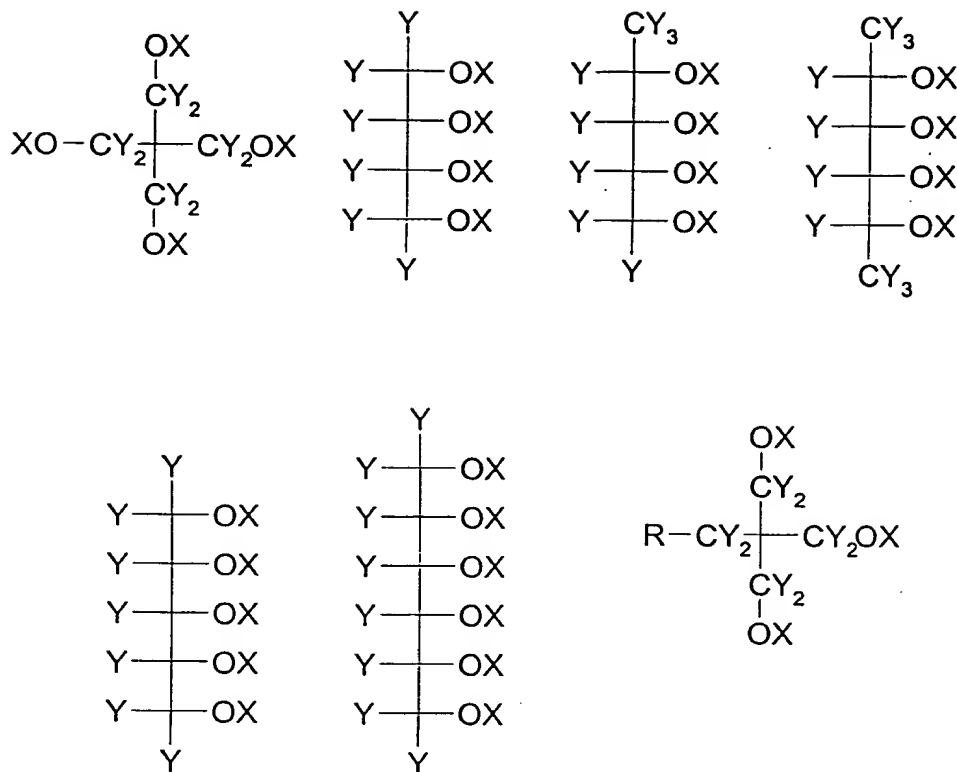
25

Erfindungsgemäße einsetzbare Polyolkomponenten sind solche mit 4 bis 12 Kohlenstoffatomen, bevorzugt 4 bis 8 Kohlenstoffatomen, besonders bevorzugt 5, 6 oder 7 Kohlenstoffatomen, ganz besonders bevorzugt 5 oder 6 Kohlenstoffatomen und äußerst bevorzugt 5 Kohlenstoffatomen.

30

Bevorzugt sind Polyolkomponenten (I) der folgenden allgemeinen Formeln:





worin die Substituenten X unabhängig voneinander Wasserstoff oder aliphatische Acylreste sind, mit der Maßgabe, daß mehr als ein X Acylrest und mehr als ein X Wasserstoff ist und R Wasserstoff, oder linear oder verzweigtes  $C_1$  bis  $C_{10}$ -Alkyl sein  
5 kann, bevorzugt Methyl, Ethyl oder Propyl.

Die Reste Y sind unabhängig voneinander Wasserstoff, Alkyl- oder Arylreste, wobei Wasserstoff, Methyl, Ethyl-, Propyl-, Butyl- und Phenylreste bevorzugt sind. Besonders bevorzugt sind Wasserstoff und Methyl. Ganz besonders bevorzugt ist,  
10 wenn unmittelbar benachbart zu einem Kohlenstoff mit Hydroxylgruppe kein Kohlenstoff mit einem Wasserstoffsubstituenten befindlich ist

Bevorzugte Acylreste X sind Fettsäureesterreste mit 2 bis 30 C-Atomen, besonders bevorzugt sind  $C_5$ - $C_{25}$ -Fettsäuren, ganz besonders bevorzugt  $C_8$ - $C_{24}$ -Fettsäuren und  
15 äußerst bevorzugt  $C_{12}$ - $C_{22}$ -Fettsäuren und deren Gemischen. Der Fachmann findet die besten Beispiele bei  $C_{16}$ - $C_{20}$ -Fettsäuren und ganz besonders bei  $C_{16}$ - $C_{18}$ -Fettsäuren und deren Gemischen .

Beispiele für solche Acylreste sind Reste der Essigsäure, der Propionsäure und der Buttersäure, sowie Reste der Myristinsäure, der Palmitinsäure oder Stearinsäure, der Arachinsäure und der Behensäure und deren Gemische, bevorzugt Gemische der  
5 Stearinsäure und der Palmitinsäure.

Bevorzugt sind Polyolkomponenten, in denen die Zahl der veresterten und der freien Hydroxylgruppen gleich sind.

10 Bevorzugte Polyolkomponenten sind Diesterderivate des Pentaerythrits, besonders Diester des Pentaerythrits mit der Stearinsäure.

Die Polyolkomponente (I) kann in Mengen von 0,005 Gew.-% bis 0,5 Gew.-%, bevorzugt 0,01 Gew.-% bis 0,2 Gew.-%, ganz besonders bevorzugt 0,015 Gew.-%  
15 bis 0,1 Gew.-% und äußerst bevorzugt 0,02 Gew.-% bis 0,08 Gew.-% eingesetzt werden.

Die Polyolkomponente kann sowohl allein als auch im Gemisch von zwei oder mehr Polyolkomponenten und/oder anderen Komponenten eingesetzt werden. Bevorzugt ist  
20 das Verhältnis der Menge der Polyolkomponente (I) im Entformungsmittel zu anderen optional vorhandenen Komponenten im Entformungsmittel größer als 1:1.

Der Fachmann erhält gute Ergebnisse, wenn der Anteil von Polyolkomponenten mit weniger als einer freien Hydroxylgruppen oder Polyolkomponenten mit weniger als  
25 zwei veresterten Hydroxylgruppen im gesamten Entformungsmittel jeweils unterhalb 24 Gew.-%, bevorzugt unterhalb 20 Gew.-% besonders bevorzugt unterhalb 15 Gew.-% und äußerst bevorzugt unterhalb von 10 Gew.-% liegt.

30 Den erfindungsgemäß zu entformenden thermoplastischen Polycarbonaten können noch für Polycarbonate übliche Zusätze in den bekannten Mengen zugesetzt sein, beispielsweise Stabilisatoren gegen Wärme, Feuchtigkeit und UV-Strahlung, wie

Phosphorverbindungen (wie Phosphorsäure, Phosphatester, Phosphite, Phosphonite, u. a.), gegebenenfalls in Kombination mit monomeren oder polymeren Epoxiden, N-haltige Heterocyclen wie Triazole bzw. Benztriazole, außerdem Flammenschutzmittel wie aliphatische oder aromatische oder perfluorierte aliphatische Alkali- oder Erdalkalisulfonate, Farbstoffe, Füllstoffe, Schaummittel und Antistatika. Bei optischen Anwendungen werden bevorzugt solche Komponenten genommen, die die Transparenz des Materials nicht verschlechtern.

Der Zusatz der Polyolkomponente zu den thermoplastischen Polycarbonaten kann beispielsweise erfolgen, indem man die Polyolkomponente während der Aufarbeitung der Polymerlösung der thermoplastischen Polycarbonate oder der Schmelze der thermoplastischen Polycarbonate zusetzt; vorzugsweise erfolgt der Zusatz über die Compoundierung des fertigen, thermoplastischen Polycarbonats.

Die üblichen, für Polycarbonate bekannten Zusätze können in bekannter Weise entweder vor dem Zusatz der Polyolkomponente mit dem Zusatz der Polyolkomponente oder nach dem Zusatz der Polyolkomponente den Polycarbonaten zugemischt werden.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist die Verwendung von Polyolkomponenten (I) als Entformungsmittel für thermoplastische Polymergemische enthaltend mindestens ein Polycarbonat.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung sind Formkörper aus den genannten thermoplastischen Polymergemischen bevorzugt für optische Anwendungen, besonders bevorzugt für optische Datenträger, ganz besonders bevorzugt Compact Discs und DVD's.

Die erfindungsgemäßen leicht entformbaren Polycarbonate können in der für Polycarbonate bekannten Weise zu optische Anwendungen, besonders bevorzugt für optische Datenträger, ganz besonders bevorzugt Compact Discs und DVD's weiterverarbeitet werden.

Diese Verarbeitung kann als separater Schritt aus den fertig hergestellten, leicht entformbaren Polycarbonaten, die beispielsweise als Granulat anfallen, erfolgen. Die Verarbeitung kann aber auch im Zuge der Einarbeitung der Polyolkomponente  
5 und/oder der üblichen Zusätze erfolgen.

**Beispiele:**

Folgende Mischung wurde hergestellt:

**Beispiel 1:**

99,96 Gew. % Polycarbonatgranulat aus Bisphenol-A-PC mit tert.-Butylphenol-  
5 Endgruppen und einer mittleren Lösungsviskosität von 1,20  
(gemessen in Methylenchlorid bei 25°C und einer  
Konzentration von 0,5 g in 100 ml Methylenchlorid)

0,04 Gew. % Loxiol EP 728 (Pentaerythrit-Fettsäurediester), Henkel KGaA

und in einem geschlossenen Behälter intensiv durchmischt. Anschließend wurde die  
10 Mischung auf einem Zwei-Schnecken-Knetter des Typs Werner Pfleiderer ZSK 53  
bei einer Masstemperatur von ca. 240°C compoundiert.

**Vergleichsbeispiel 1 (ohne Entformungsmittel):**

Polycarbonatgranulat aus Bisphenol-A-PC mit tert.-Butylphenol-Endgruppen und  
15 einer mittleren Lösungsviskosität von 1,20 (gemessen in Methylenchlorid bei 25°C  
und einer Konzentration von 0,5 g in 100 ml Methylenchlorid) wird auf einem Zwei-  
Schnecken-Knetter des Typs Werner Pfleiderer ZSK 53 bei einer Masstemperatur  
von ca. 240°C extrudiert.

**20 Vergleichsbeispiel 2 (mit Glycerinmonostearat):**

Folgende Mischung wurde hergestellt:

99,96 Gew. % Polycarbonatgranulat aus Bisphenol-A-PC mit tert.-Butylphenol-  
Endgruppen und einer mittleren Lösungsviskosität von 1,20  
(gemessen in Methylenchlorid bei 25°C und einer  
25 Konzentration von 0,5 g in 100 ml Methylenchlorid)

0,04 Gew. % Loxiol EP 129 (Glycerinmonostearat), Henkel KGaA

und in einem geschlossenen Behälter intensiv durchmischt. Anschließend wurde die  
Mischung auf einem Zwei-Schnecken-Knetter des Typs Werner Pfleiderer ZSK 53

bei einer Massetemperatur von ca. 240°C compoundiert.

### Vergleichsbeispiel 3 (mit Pentaerythritstearat):

Folgende Mischung wurde hergestellt:

5 99,96 Gew. % Polycarbonatgranulat aus Bisphenol-A-PC mit tert.-Butylphenol-  
Endgruppen und einer mittleren Lösungsviskosität von 1,20  
(gemessen in Methylenchlorid bei 25°C und einer  
Konzentration von 0,5 g in 100 ml Methylenchlorid)

0,04 Gew. % Loxiol P 861/3.5 (Pentaerythrittetraester), Henkel KGaA

und in einem geschlossenen Behälter intensiv durchmischt. Anschließend wurde die  
10 Mischung auf einem Zwei-Schnecken-Knetter des Typs Werner Pfleiderer ZSK 53  
bei einer Massetemperatur von ca. 240°C compoundiert.

### Messung der Haftreibung:

Die Haftreibung ist die Reibzahl, die aus der notwendigen Kraft abgeleitet wird, um  
15 relativ zueinander ruhende Körper (Stempel / Prüfkörper) in Bewegung zu setzen  
(Schwellenwert).

Der Haftreibungskoeffizient ist wie folgt definiert:

$$F_R = \mu * F_N \text{ (Gl. 1)}$$

$$\text{nach } \mu \text{ umgestellt: } \mu = F_R / F_N \text{ (Gl. 2)}$$

20  $F_N$  = Normalkraft,  $F_R$  = Reibkraft,  $\mu$  = Reibungskoeffizient

Bei Kreisbewegung gilt folgender Zusammenhang:  $F_R = M_d / r_m$  (Gl. 3)  $M_d$  =  
Drehmoment,  $r_m$  = mittlerer Radius der Reibfläche (Ringfläche)

$$M_d / r_m = \mu * F_N \text{ (Gl. 4)}$$

$$\text{nach } \mu \text{ umgestellt: } \mu = M_d / (r_m * F_N) \text{ (Gl. 5)}$$

25 In einem speziellen Reibungskoeffizientenwerkzeug wird ein scheibenförmiger  
Probekörper mit einem Außendurchmesser von 92mm und einer Dicke von 2,6 mm  
hergestellt. Dieser besitzt am äußerem Rand einen 5mm hohen und 3 mm breiten  
Steg, an dem sich flache Vertiefungen, vergleichbar zu einer Zahnriemenscheibe

befinden, wodurch das Drehmoment vom Werkzeug auf den Prüfkörper übertragen wird.

Es erlaubt die direkte Ermittlung des Haftreibungskoeffizienten (Gl. 5) an einem scheibenförmigen Prüfkörper, unmittelbar nach dessen Erstarrung. Hierbei gilt die  
 5 Beziehung, daß die Reibkraft proportional dem Drehmoment ist (Gl. 3). Beim Öffnen des Werkzeugs fährt ein mit einem Drehmomentaufnehmer verbundener Stempel mit einer definierten Normalkraft  $F_N$  gegen das Formteil (Reibpartner). Auf der anderen Formteilseite wird der Prüfkörper gehalten und in Rotation versetzt. Dabei wird mittels des am Stempel gemessenen Drehmoments der Haftreibungskoeffizient  
 10 zwischen Stempel und Prüfkörper ermittelt. Da die Reibung durch die Unebenheit der aufeinandergleitenden Flächen verursacht wird (verhaken), wurde der Stempel mit einer mittleren Oberflächenrauigkeit  $R_a = 0,05\mu\text{m}$  ausgeführt.

Die Materialien (Material 1 sowie Vergleichsmaterial 1, Vergleichsmaterial 2 und Vergleichsmaterial 3) wurden auf einer Spritzgießmaschine aufgeschmolzen und bei  
 15 einer Schmelzetemperatur von  $300^\circ\text{C}$  in das geschlossene Reibungskoeffizientenwerkzeug mit einer Werkzeugwandtemperatur von  $100^\circ\text{C}$  eingespritzt und unter Nachdruck mit 550bar 15sec lang gehalten.

Nach einer Restkühlzeit von 20 sec wird das Werkzeug geringfügig geöffnet und der Reibungskoeffizient bestimmt.

20 Folgende Werte wurden erhalten:

Material	Haftreibungskoeffizient $\mu_0$
Material 1	0,82
Vergleichsmaterial 1	1,07
Vergleichsmaterial 2	0,72
Vergleichsmaterial 3	1,04

Es zeigt sich, daß bei einer geringen Entformungsmittelkonzentration nur das erfindungsgemäße Produkt und das Vergleichsprodukt mit Glycerinmonostearat als Entformungsmittel die Haftreibung deutlich absenken.

### Messung der Produktstabilität bei der Herstellung von CDs:

Zur Messung der Produktstabilität wurden auf einer CD- Spritzgießmaschine des  
5 Typs Netstal Discjet 600 CD-Rohlinge aus dem oben beschriebenen Material 1 und dem Vergleichsmaterial 2 hergestellt, die eine Dicke von 1,2mm und einen Außendurchmesser von 120 mm aufweisen. Um bei der farbmétrischen Messung Lichtstreuung und -beugung zu vermeiden, wurde eine blanke Matrize ohne Pitstruktur verwendet.

10 Die Verarbeitung der Materialien erfolgte bei unterschiedlichen Maschineneinstellungen:

Einstellung 1: Zylindertemperaturen (Einzug/Kompression/Zylinderkopf/Düse)  
315 / 320 / 320 / 320 °C maximale Einspritzgeschwindigkeit:  
130 mm/secWerkzeug (Vorlauftemperatur): 55 °CZykluszeit: 4,6 sec

15 Einstellung 2: Zylindertemperaturen (Einzug/Kompression/Zylinderkopf/Düse)  
315 / 340 / 350 / 350 °Cmaximale Einspritzgeschwindigkeit:  
110 mm/secWerkzeug (Vorlauftemperatur): 55 °CZykluszeit: 4,9 sec

Einstellung 3: Zylindertemperaturen (Einzug/Kompression/Zylinderkopf/Düse)315 /  
360 / 380 / 380 °Cmaximale Einspritzgeschwindigkeit:  
20 100 mm/secWerkzeug (Vorlauftemperatur): 55 °CZykluszeit: 5,5 sec

Einstellung 4: entsprechend Einstellung 2, wobei jedoch der Zyklus durch einen  
5-minütigen Maschinenstopp unterbrochen wird. Die jeweils fünfte  
Platte nach Wiederaufahren der Spritzgießmaschine wurde für die  
nachfolgenden Messungen genommen.

25

An den CD-Rohlingen wurden die Schmelzeviskosität, der Yellownessindex , der  
Gehalt an phenolischen OH-Gruppen und der Gehalt an freiem tert.-Butylphenol  
gemessen. Es wurden folgende Werte erhalten:

30



Tabelle 1

Schmelzeviskosität in Pa*s ( 300°C / 1000 s <sup>-1</sup> )				
Probe	Einst. 1 (320°C)	Einst. 2 (350°C)	Einst. 3 (380°C)	Einst. 4 (350°C + Stopp)
Material 1	66	66	65	65
Vergleichsmaterial 2	63	63	63	61

Tabelle 2

Yellownessindex YI nach ASTM E 313				
Probe	Einst. 1 (320°C)	Einst. 2 (350°C)	Einst. 3 (380°C)	Einst. 4 (350°C + Stopp)
Material 1	1,02	1,02	1,02	1,38
Vergleichsmaterial 2	1,10	1,16	1,18	1,48

5 Tabelle 3

phenolisches OH in ppm				
Probe	Einst. 1 (320°C)	Einst. 2 (350°C)	Einst. 3 (380°C)	Einst. 4 (350°C + Stopp)
Material 1	110	115	125	130
Vergleichsmaterial 2	120	130	135	145

Tabelle 4

freies p-tert.-Butylphenol in ppm				
Probe	Einst. 1 (320°C)	Einst. 2 (350°C)	Einst. 3 (380°C)	Einst. 4 (350°C + Stopp)
Material 1	6	6	8	11
Vergleichsmaterial 2	9	11	19	20

## Beschreibung der Meßmethoden im einzelnen:

## a) Schmelzeviskositätsmessung im Hochdruck-Kapillar-Viskosimeter

5 Die CD-Rohlinge werden in 6 bis 8 mm dünne Streifen geschnitten und bei 110°C im Vacuum über 16h getrocknet. Anschließend werden die Streifen in einen auf 300°C aufgeheizten Prüfkanal (Durchmesser: 10mm) gestopft, aufgeschmolzen und mit einem Stempel durch eine Düse mit einem Durchmesser von 1mm und einer Länge von 20mm mit einer Schergeschwindigkeit von 1000 s<sup>-1</sup> gedrückt.

## 10 b) Yellownessindex YI nach ASTM E 313

Die Messung erfolgt senkrecht zur CD-Oberfläche auf einem Radius von 40mm

## c) phenolisches OH

15 Das Polycarbonat wird in Dichlormethan gelöst und mit Titan (IV)-chlorid unter Bildung eines orange-rot gefärbten Komplexes versetzt, dessen Extinktion bei 546 nm photometrisch bestimmt wird. Die Kalibrierung erfolgt mit Bisphenol A als externem Standard. Die Bestimmungsgrenze liegt bei ca. 20 ppm OH.

## d) freies p-tert. Butylphenol

20 10g Polycarbonat werden in Methylenchlorid aufgelöst und mit Aceton und Methanol gefällt. Das ausgefällte Polymer wird abfiltriert und die Restlösung auf ca. 20 ml eingeeengt. Anschließend wird die Lösung in einem Hochdruck-Flüssigkeits-Chromatographen analysiert.

25 Chromatographische Bedingungen: Reverse phase: C18, Fließmittel: Wasser/Acetonitril (50%), Flow: 1ml/min Wellenlänge: 220nm

Die Prüfergebnisse zeigen in allen gemessenen Eigenschaften Vorteile für das erfindungsgemäße Material.

### Patentansprüche

1. Thermoplastische Polymergemische enthaltend mindestens ein Polycarbonat und mindestens ein Entformungsmittel mit mindestens einer Polyolkomponente  
5 dadurch gekennzeichnet, daß mindestens eine Polyolkomponente (I) aus einem Grundkörper mit 4 oder mehr Kohlenstoffatomen, 3 oder mehr Hydroxylgruppen, mehr als einer mit aliphatischen Carbonsäuren veresterten Hydroxylgruppe und einer oder bevorzugt mehr als einer freien Hydroxylgruppe besteht.
- 10 2. Thermoplastische Polymergemische nach Anspruch 1 dadurch gekennzeichnet, daß der Grundkörper 4 bis 12 Kohlenstoffatome aufweist, bevorzugt 4 bis 8 Kohlenstoffatome, besonders bevorzugt 5, 6 oder 7 Kohlenstoffatome, ganz besonders bevorzugt 5 oder 6 Kohlenstoffatome und äußerst bevorzugt 5 Kohlenstoffatome.  
15
3. Thermoplastische Polymergemische nach mindestens einem der vorgehenden Ansprüche dadurch gekennzeichnet, daß die aliphatischen Carbonsäuren C<sub>2</sub>-C<sub>30</sub>-Fettsäuren, bevorzugt C<sub>5</sub>-C<sub>25</sub>-Fettsäuren, bevorzugt C<sub>8</sub>-C<sub>24</sub>-Fettsäuren, besonders bevorzugt C<sub>12</sub>-C<sub>22</sub>-Fettsäuren und ganz besonders bevorzugt C<sub>16</sub>-C<sub>20</sub>-Fettsäuren und  
20 und äußerst bevorzugt C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub>-Fettsäuren oder Gemische dieser Fettsäuren sind.
4. Thermoplastische Polymergemische nach mindestens einem der vorgehenden Ansprüche dadurch gekennzeichnet, daß die Polyolkomponente (I) in Mengen von 0,005 Gew.-% bis 0,5 Gew.-%, bevorzugt 0,01 Gew.-% bis 0,2 Gew.-%, ganz besonders bevorzugt 0,015 Gew.-% bis 0,1 Gew.-% und äußerst bevorzugt  
25 0,02 Gew.-% bis 0,08 Gew.-% eingesetzt werden.
5. Thermoplastische Polymergemische nach mindestens einem der vorgehenden Ansprüche dadurch gekennzeichnet, daß in der Polyolkomponente (I) unmittelbar  
30 benachbart zu einem Kohlenstoff mit Hydroxylgruppe kein Kohlenstoff mit einem Wasserstoffsubstituenten befindlich ist.
6. Thermoplastische Polymergemische nach mindestens einem der vorgehenden

Ansprüche dadurch gekennzeichnet, daß in der Polyolkomponente (I) die Zahl der veresterten und der freien Hydroxylgruppen gleich sind.

7. Thermoplastische Polymergemische nach mindestens einem der vorgehenden Ansprüche dadurch gekennzeichnet, daß das Verhältnis der Menge der Polyolkomponente (I) im Entformungsmittel zu anderen optional vorhandenen Komponenten im Entformungsmittel größer als 1:1 ist.
8. Thermoplastische Polymergemische nach mindestens einem der vorgehenden Ansprüche dadurch gekennzeichnet, daß der Anteil von Polyolkomponenten mit weniger als einer freien Hydroxylgruppen oder Polyolkomponenten mit weniger als zwei veresterten Hydroxylgruppen im gesamten Entformungsmittel jeweils unterhalb 24 Gew.-%, bevorzugt unterhalb 20 Gew.-% besonders bevorzugt unterhalb 15 Gew.-% und äußerst bevorzugt unterhalb von 10 Gew.-% liegt.
9. Thermoplastische Polymergemische nach mindestens einem der vorgehenden Ansprüche dadurch gekennzeichnet, daß zusätzlich noch andere in Polycarbonatmischungen übliche Inhaltsstoffe und/oder Additive, wie z. B. bevorzugt Stabilisatoren, Flammenschutzmittel, Antistatika, Füllmitteln, Schaummitteln, Farbstoffe o.ä. enthalten sind.
10. Thermoplastische Polymergemische nach mindestens einem der vorgehenden Ansprüche dadurch gekennzeichnet, daß mindestens ein Polycarbonat enthalten ist, das als Diolbaustein Bisphenol A und/oder Trimethylcyclohexyl-bisphenol (TMC) enthält, bevorzugt ausgewählt ist aus der Gruppe der Homopolymere des Bisphenols A, der Copolymere des Bisphenol A mit TMC oder der Copolymere mit 5 bis 50 Gew.-% TMC.
11. Verwendung von Polyolkomponenten (I) aus mindestens einem der Ansprüche 1 bis 6 als Entformungsmittel für thermoplastische Polymergemische enthaltend mindestens ein Polycarbonat.

12. Formkörper aus thermoplastischen Polymergemischen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 10, bevorzugt für optische Anwendungen, besonders bevorzugt für optische Datenträger, ganz besonders bevorzugt Compact Discs und DVD's.

### Zusammenfassung

Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind thermoplastische Polymergemische enthaltend mindestens ein Polycarbonat und mindestens ein Entformungsmittel mit mindestens einer Polyolkomponente dadurch gekennzeichnet, daß mindestens eine Polyolkomponente (I) aus einem Grundkörper mit 4 oder mehr Kohlenstoffatomen, 3 oder mehr, bevorzugt 4 oder mehr Hydroxylgruppen, mehr als eine mit aliphatischen Carbonsäuren veresterte Hydroxylgruppe und einer oder bevorzugt mehr als einer freien Hydroxylgruppe besteht.